

DOCKET NO.: 267204US0X PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Lothar KERKER, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/08687

INTERNATIONAL FILING DATE: August 6, 2003

FOR: SEPARATION OF BUTENES AND BUTANES BY EXTRACTIVE DISTILLATION
USING A POLAR EXTRACTANT

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

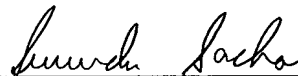
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 42 923.5	16 September 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/08687. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

OXENO OLEFINCHEMIE GMBH
Intellectual Property Management
PATENTE u. MARKEN, Bau 1082/RB 15
Paul-Baumann-Strasse 1
45772 Marl
Germany

St	SRP	Sih	Da	Kos	God	Bo	FSB	Sch
EM	RGMB	DEGUSSA AG	H	W	No	AU		
Ra	Hu	26. SEP. 2003						
EV		Termin:						

Date of mailing (day/month/year) 17 September 2003 (17.09.03)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference O.Z. 6092-WO	
International application No. PCT/EP03/08687	
International publication date (day/month/year) Not yet published	
Applicant OXENO OLEFINCHEMIE GMBH et al	International filing date (day/month/year) 06 August 2003 (06.08.03) Priority date (day/month/year) 16 September 2002 (16.09.02)

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
16 Sept 2002 (16.09.02)	102 42 923.5	DE	03 Sept 2003 (03.09.03)

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 338-7080	Authorized officer Bruno LE FEUVRE Telephone No. (41-22) 338 7096
---	---

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



EP 03/86 87

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 42 923.5
Anmeldetag: 16. September 2002
Anmelder/Inhaber: OXENO Olefinchemie GmbH, Marl, Westf/DE
Bezeichnung: Verfahren zur Trennung von Butenen und Butanen
durch extraktive Destillation mit einem polaren
Extraktionsmittel
IPC: C 07 C 7/08

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 16. Januar 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Wehner

Verfahren zur Trennung von Butenen und Butanen durch extraktive Destillation mit einem polaren Extraktionsmittel

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Separation von Butenen und Butanen aus einem C₄-Kohlenwasserstoffe enthaltenden Strom durch extraktive Destillation mit einem polaren Extraktionsmittel.

Butene und Butane sind industriell gefragte Produkte, die meist durch Aufarbeitung von C₄-Kohlenwasserstoffe enthaltenden Schnitten aus Steam- oder Naphthacrackern gewonnen werden. In den zur Verfügung stehenden Rohstoffquellen liegen die verschiedenen Isomere der Butene und Butane sowie Butadien in wechselnden Anteilen vor. Butadien kann entweder durch Hydrierung in n-Butene umgewandelt oder durch extraktive Destillation aus diesen Gemischen entfernt werden. Zur weiteren Verarbeitung der Butene und Butane ist es häufig erforderlich, diese von einander zu trennen. Auf Grund der sehr dicht beieinander liegenden Siedepunkte ist dies durch einfache Destillation nicht mit den erforderlichen Reinheiten möglich, so dass auf andere Trennverfahren zurückgegriffen werden muss.

Großtechnisch werden hierzu meist Extraktivdestillationen mit polaren Lösemitteln eingesetzt. So beschreibt EP 501 848 die Auftrennung eines von Butadien befreiten C₄-Schnitts durch Extraktiv-Destillation mit einem Extraktionsmittel wie n-Methylpyrrolidon (NMP) oder DMF in 3 Stufen: In der ersten Stufe wird das Einsatz C₄-Kohlenwasserstoffgemisch mit dem Extraktionsmittel in einer Extraktivdestillationskolonne versetzt. Hierbei lösen sich die olefinischen Bestandteile im Extraktionsmittel, so dass die schlechter löslichen aliphatischen Bestandteile abgetrennt werden können. Zur weiteren Trennung bzw. zur Rückgewinnung des Extraktionsmittels wird dann unter einem Druck von 4 bis 5 bar eine teilweise Desorption der Butene aus dem Extrakt durchgeführt. Zur restlichen Rückgewinnung des Extraktionsmittels erfolgt anschließend ein Auskochen des Extrakts bei Normaldruck und einer Temperatur von 140 bis 170 °C.

In JP 692 876 ist die Verwendung von Dimethylformamid als polares Extraktionsmittel zur Buten-/Butantrennung offengelegt. Weiterhin beschreibt diese Druckschrift, dass nach der

extraktiven Destillation und der Abtrennung der aliphatischen Bestandteile aus dem Einsatz-Kohlenwasserstoffgemisch der größte Teil des polaren Extraktionsmittels durch eine Desorptionsstufe bei 1 bis 2 Atmosphären unter Rückführung des größten Teils des Extraktionsmittels durchgeführt wird. Die butenhaltige Fraktion wird in einer Reinigungsstufe
5 bei erhöhtem Druck von 1 bis 15 Atmosphären von den Butenen befreit; das so erhaltene reine Extraktionsmittel wird wiederum in die Extraktionsdestillationsstufe zurückgeführt. Das Extraktionsmittel enthält gemäß den Beispielen noch große Anteile von Butenen, die mit dem Extraktionsmittel zurückgeführt, d. h. im Kreis geführt werden. Dies ist energetisch und ökonomisch ungünstig.

Es wurde nun gefunden, dass die Energieausnutzung der bekannten Verfahren durch eine verfahrenstechnisch optimierte Verschaltung der Anlagenteile verbessert werden kann.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Separation von Butenen und
15 Butanen durch extraktive Destillation mit einem polaren Extraktionsmittel durch

- a) Extraktive Destillation eines Butene und Butane enthaltenden Stroms mit einem polaren Extraktionsmittel unter Erhalt einer Butane enthaltenden Kopffraktion und einer Butene und das polare Extraktionsmittel enthaltenden Sumpffraktion und
- b) destillative Trennung der Sumpffraktion aus a) in eine Leichtsiederfraktion, die die Butene enthält und ein Schwersiederfraktion, die das polare Extraktionsmittel
20 enthält,

wobei die das polare Extraktionsmittel enthaltende Schwersiederfraktion aus b) in die Extraktionsstufe a) zurückgeführt wird.

25 Die so erhaltene Butenfraktion ist für viele Anwendungszwecke ausreichend vom polaren Extraktionsmittel gereinigt. Für eine verbesserte Trennleistung kann ein Teil der Leichtsiederfraktion aus Stufe b) in die Extraktionsstufe a) zurückgeführt werden. In der Praxis hat sich ein Rücklaufverhältnis von Stufe b) zur Stufe a) von 0,01 – 0,5 kg/kg, bevorzugt 0,05 – 0,2 kg/kg bewährt.

Das Rücklaufverhältnis ist hier als das Verhältnis der rückgeführten Menge zur Produktmenge definiert. In Fig. 1 entspricht das Rücklaufverhältnis dem Quotienten der Stoffströme 9 und 8.

5 Stufe b) wird in der Regel bei 1,0 bis 5 bar betrieben. Falls Stufe a) eine höhere Druckstufe aufweist, kann der in Stufe a) aus b) rückgeführte Teil der Leichtsiederfraktion auf den Druck der Stufe a) vorverdichtet werden. Eine solche Verfahrensführung ist durch Fig. 1 skizziert: Hier wird das Butan/Butengemisch (1) in der Extraktionsstufe (2) in die Butane (3) und eine die Butene und ein polares Extraktionsmittel enthaltende Fraktion (4) getrennt. Stoffstrom (4) wird in der Destillationsstufe (5) in eine schwer siedende Fraktion (6), die das polare Extraktionsmittel und ggf. noch Butene enthält, und eine Leichtsiederfraktion (7), die die Butene und ggf. Reste an Extraktionsmittel umfasst, getrennt. Stoffstrom (7) wird ganz oder teilweise abgetrennt und ggf. weiterverarbeitet (8) und/oder nach einer optionalen Verdichterstufe (10) wieder in die Extraktionsstufe (2) rückgeführt.

15 Die Verdichterstufe 10 kann auch direkt hinter der Destillationsstufe angeordnet werden, so dass die hieraus gewonnenen Leichtsieder vollständig kondensiert und anschließend in flüssiger Form in Produkt- und Rückführstrom geteilt werden.

20 Anstelle oder zusätzlich zu einer Verdichterstufe kann eine Kühlung des Rückführstroms erfolgen. Diese Kühlstufe sollte eine Abkühlung des Stroms auf -10 bis $+55$ °C, bevorzugt 0 - 35 °C bewirken.

25 In einer besonderen Variante weist das erfindungsgemäße Verfahren eine weitere Trennstufe c) auf. Hier wird die Leichtsiederfraktion der Stufe b) ganz oder teilweise in einer zweiten Trennstufe c) in eine Buten-haltige und eine das polare Extraktionsmittel enthaltende Fraktion getrennt und die das polare Extraktionsmittel enthaltende Fraktion in die destillative Trennung der Stufe b) zurückgeführt.

30 Wichtig beim erfindungsgemäßen Verfahren ist die Folge der Druckstufen der Verfahrensstufen a), b) und optional c). Die destillative Trennung in Stufe b) wird bevorzugt bei einem Druck von 1 bis 5, insbesondere bei 1 bis 3 bar durchgeführt. Die Temperaturen

bewegen sich entsprechend diesem Druck bei 120 – 190 °C, insbesondere 125 - 160 °C. Auf diese Weise wird ein großer Teil des polaren Extraktionsmittels bei relativ niedrigen Temperaturen schonend für die olefinischen Bestandteile bereits abgetrennt.

Die zweite Trennung gemäß Stufe c) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird bevorzugt
5 durch eine Destillation bei einem Druck von 1-10 bar, insbesondere 3-7 bar durchgeführt. Diese Verfahrensvariante wird durch Figur 2 wie folgt näher erläutert.

Das Einsatzkohlenwasserstoffgemisch (1) wird in der Extraktionsstufe (2) mit einem polaren Extraktionsmittel umgesetzt, so dass die Butane (3) als Leichtsiederfraktion abgetrennt werden können. Die Butene und das polare Extraktionsmittel werden als Sumpffraktion (4) einer destillativen Trennung (5) zugeführt, wobei als Leichtsiederfraktion (6) ein Gemisch aus Butenen und dem polaren Extraktionsmittel abgetrennt wird. Die Leichtsiederfraktion enthält in der Regel noch 1-6 Gew.-% Extraktionsmittel. Ist Wasser anwesend, so besteht der Lösungsmittelanteil der Leichtsiederfraktion hauptsächlich aus Wasser, im Falle des Systems
15 NMP/Wasser besteht diese Fraktion zu ca. 1,5 – 3 % aus Wasser mit ca. 100 – 1000 ppm NMP. Stoffstrom (6) wird anschließend in einer weiteren Trennstufe (7) auf die reinen Butene (8) aufgearbeitet, wobei geringe polare Mengen des Extraktionsmittels und ggf. Wasser als Schwersiederfraktion (9) in die erste Trennstufe (5) rückgeführt wird. Je nach Reinheitsanforderungen der Butene (8) bzw. der Trennleistungen der Kolonne (7) kann der
20 Stoffstrom (9) neben dem polaren Extraktionsmittel noch Butene enthalten. Die in der ersten Trennstufe (5) erhaltene Schwersiederfraktion (10), die den größten Teil des polaren Extraktionsmittels umfasst, wird in die Extraktionsstufe (2) rückgeführt. Auch in dieser Verfahrensvariante ist eine Verdichter- und/oder Kältestufe (11) zweckmässig.

25 In der zweiten Trennstufe c) bewegen sich die Temperaturen dem eingestellten Druck entsprechend bei 40 - 100 °C.

In einer weiteren Verfahrensvariante wird die zweite Trennstufe c) nicht durch destillative Trennung, sondern durch ein Abkühlen der Leichtsiederfraktion aus Stufe b) auf –10 bis
30 +55 °C, bevorzugt 0-55 °C, insbesondere 0-35 °C durchgeführt. Die hierbei nötigen Drücke bewegen sich bei 1,0 bis 5, bevorzugt 1-3,0 bar. Diese Variante kann überall dort vorteilhaft

eingesetzt werden, wo preiswerte Kälteenergie zur Verfügung steht. Weiterhin entfallen die bei der anderen Verfahrensvariante erforderlichen Investitionen für druckfeste Apparate.

Diese Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens kann ebenfalls anhand Fig. 2 erläutert werden, wobei die zweite Trennstufe (7) nicht als destillative Trennung, sondern als Kopfkondensator der Kolonne (5) ausgelegt ist. Die Rückführungen (9) bzw. die Abtrennung der Butene (8) erfolgen analog. Die Verdichter- und/oder Kältestufe (11) entfällt in dieser Variante.

In beiden Verfahrensvarianten kann als polares Extraktionsmittel Dimethylformamid (DMF), N-Methylpyrrolidon, Acetonitril, Furfural, N-Formylmorpholin oder Dimethylacetamid verwendet werden. Die eingesetzten Extraktionsmittel können entweder wasserfrei oder nahezu wasserfrei oder aber in einem Gemisch von 0,1 bis 20 Gew.-%, bevorzugt 3 bis 18 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 12 Gew.-%, insbesondere 8 bis 9 Gew.-%, mit Wasser eingesetzt werden.

Die Extraktionsdestillation der Stufe a) wird bevorzugt bei einem Druck von 2 bis 15 bar und einer Temperatur von 40 bis 100 °C betrieben. Üblicherweise werden solche Kolonnen im Gegenstrom betrieben, d. h. das Extraktionsmittel wird von oben und der zu extrahierende Strom von unten in die Kolonne eingeführt. Optional kann die Zuführung des C₄-Stroms auch in dem Mittelteil der Kolonne erfolgen. Im vorliegenden Fall wird der zu extrahierende C₄-Kohlenwasserstoffstrom bevorzugt vor der Kolonne verdampft und als Gasstrom im Massenverhältnis von 15:1 – 6:1, bevorzugt 12:1 – 6:1 (Gas: Flüssigkeit) mit dem polaren Extraktionsmittel in Kontakt gebracht. Zweckmäßiger Weise wird die Kolonne mit Einbauten oder Füllkörpern zum Aufbau einer möglichst großen Austauschfläche ausgestattet. Am Kopf der Kolonne wird dann gasförmig das Butan enthaltende Gemisch (n- und Isobutan) abgezogen und einer weiteren Verwendung zugeführt. Der Sumpf der Kolonne kann extern oder intern beheizt werden, wobei die Sumpffraktion ganz oder teilweise in Stufe b) einer destillativen Trennung zugeführt wird. Als Einbauten für die Extraktivdestillationskolonne haben sich insbesondere Füllkörper, Glocken- oder Ventilböden bewährt.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird der am Kopf der Kolonne erhaltene C₄-Strom (Strom 3 in den Figuren) vollständig kondensiert und teilweise zum Zurückwaschen des polaren Extraktionsmittels rückgeführt. Hier haben sich Rücklaufverhältnisse von 0,5 bis 2, insbesondere von 1 : 1 bewährt.

5

Die aus Stufe a) erhaltene Sumpffraktion wird anschließend entspannt und bevorzugt auf den Kopf der Destillationskolonne gemäß Stufe b) geführt. Diese Kolonne ist bevorzugt mit Füllkörpern gefüllt und wird mit einer Sumpftemperatur von 120 bis 160 °C im Gegenstrom betrieben. Der Kolonnensumpf wird in die Extraktionsdestillation gemäß Stufe a) zurückgeführt. Die am Kopf abzuziehende Leichtsiederfraktion, die die Butene und die genannten geringen Mengen des polaren Extraktionsmittels enthält, wird auf eine Temperatur von 30 bis 60 °C abgekühlt und dann der Reinigungsstufe c) zugeführt.

15 In der Verfahrensvariante gemäß Fig. 2 durchläuft die Leichtsiederfraktion der Stufe b) zunächst eine Verdichterstufe und wird auf die genannten Druckstufen komprimiert. Die Reinigungsstufe (7) kann auch als Gegenstrom-Destillationsanlage betrieben werden, in dem die Leichtsiederfraktion aus Stufe b) in den Sumpf der Kolonne eingetragen wird. Das im Sumpf angereicherte polare Extraktionsmittel wird nicht in die Extraktionsdestillation der Stufe a) sondern ausschließlich in die Reinigungsstufe b) zurückgeführt. Zwischen den
20 Reinigungsstufen b) und c) hat sich ein Rücklaufverhältnis von 0,001 – 0,1 kg/kg, bevorzugt 0,01 – 0,1 kg/kg bewährt. Das Rücklaufverhältnis ist hier als Quotient der in Stufe b) rückgeführten Menge zu der in die Reinigungsstufe c) eingeführten Menge definiert. In Fig. 2 entspricht dies dem Verhältnis der Ströme 9:6. Auch in dieser Trennstufe wird bevorzugt ein Teil des Kopfprodukts zur Verbesserung der Trennleistung in die Kolonne zurückgegeben.

25

Wird als polares Extraktionsmittel ein wasserhaltiges Gemisch eingesetzt, so empfiehlt sich eine auf die Trennstufe c) folgende weitere, kleine Trennstufe, mit der die Butene als Sumpfprodukt abgezogen und eine wässrige Phase mittels eines Dekanters am Kopf der Kolonne abgetrennt und wieder in die Trennstufe b) ggf. unter Vormischung mit dem polaren
30 Extraktionsmittel zurückgeführt wird.

In der alternativen Verfahrensvariante gemäß Figur 2 wird die Trennstufe c) ohne Verdichter als Kopfkondensator der Stufe b) ausgeführt. Hierzu ist es notwendig, die Leichtsiederfraktion der Stufe b) auf eine Temperatur von ca. 10-25 °C vollständig zu kondensieren. Ein Teil der flüssigen Fraktion wird im Gegenstrom wieder in die Kolonne b) zurückgeführt.

5

Beispiel:

Die extraktive Destillation (2) des Butan/Buten-Gemisches (1), sowie die Abtrennung der Butene (7) vom Lösungsmittel (6) wurden mit einer Anlage gemäß Fig. 1 durchgeführt. Als Lösungsmittel wurde ein NMP/H₂O-Gemisch mit etwa 8 Gew. % Wasser verwendet. Die Extraktivdestillationskolonne (2) hatte 80 mm Durchmesser und war mit 70 Glockenböden ausgerüstet. Die Ausgasungskolonne (5) hatte ebenfalls 80 mm Durchmesser und war mit 30 Glockenböden ausgestattet. Der Butan-Produktstrom (3) wurde vollständig kondensiert und teilweise mit einem Rücklaufverhältnis von 1 kg/kg in die Kolonne (2) zurückgeführt. Der gewonnene Buten-Produktstrom (7) wurde auf 50 °C abgekühlt und vollständig gasförmig abgezogen, d.h. es gab keine Buten-Rückführung (9) zur Extraktivdestillationskolonne (2). Der bei der Abkühlung auf 50 °C angefallene Flüssigkeitsstrom wurde zurück in die Kolonne (5) geführt.

20

Die Betriebsparameter der beiden Kolonnen waren wie folgt:

			Kolonne (2)	Kolonne (5)
Druck	bar		5.0	1.8
Temperatur				
Kopf	°C		47	50
Sumpf	°C		102	148
Zulaufboden				
Butane/Butene	-		31	-
Lösungsmittel	-		60	30
Rücklaufverhältnis	kg/kg		1.00	0.07
Leistungen				
Kondensator	W		400	100
Verdampfer	W		1200	1100

Die Mengen und die Zusammensetzungen der Ströme sind in der nachfolgenden Tabelle angegeben:

		Zulauf	Zulauf	Kolonne (2)		Kolonne (5)	
				Kopf-Produkt	Sumpf-Produkt	Kopf-Produkt	Sumpf-Produkt
		Butane /Butene	NMP/H ₂ O	Butane	NMP/H ₂ O	Butene	NMP/H ₂ O
		(1)	(6)	(3)	(4)	(8)	(6)
Temperatur	[°C]	50.7	50.0	47.2	101.7	50.0	147.9
Massenstrom	[kg/h]	3.00	30.00	1.89	31.11	1.14	29.97
Massenanteile							
n-Butan	[kg/kg]	0.620	0.000	0.900	0.005	0.139	0.000
1-Buten	[kg/kg]	0.010	0.000	0.010	0.000	0.009	0.000
cis-2-Buten	[kg/kg]	0.120	0.000	0.017	0.011	0.287	0.000
trans-2-Buten	[kg/kg]	0.250	0.000	0.069	0.020	0.544	0.000
Wasser	[kg/kg]	0.000	0.083	0.004	0.080	0.021	0.082
NMP	[kg/kg]	0.000	0.917	0.000	0.884	0.000	0.918

5

Mit dieser Anlagenverschaltung konnte ein Butanstrom mit 90 % Reinheit und ein Butenstrom mit 84 % Reinheit gewonnen werden.

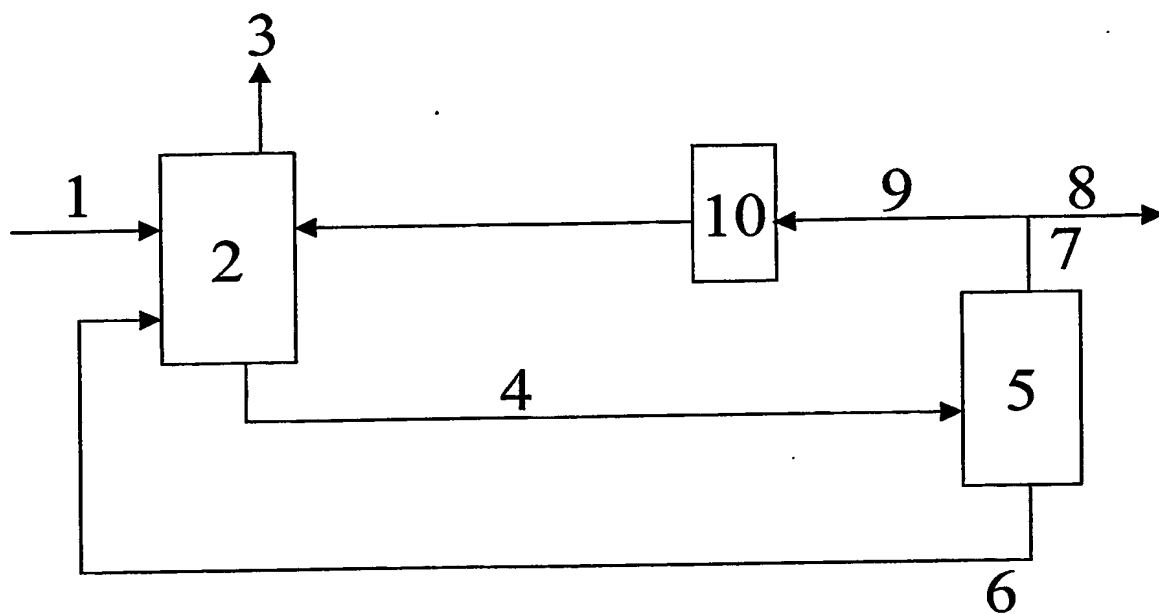


Fig. 1

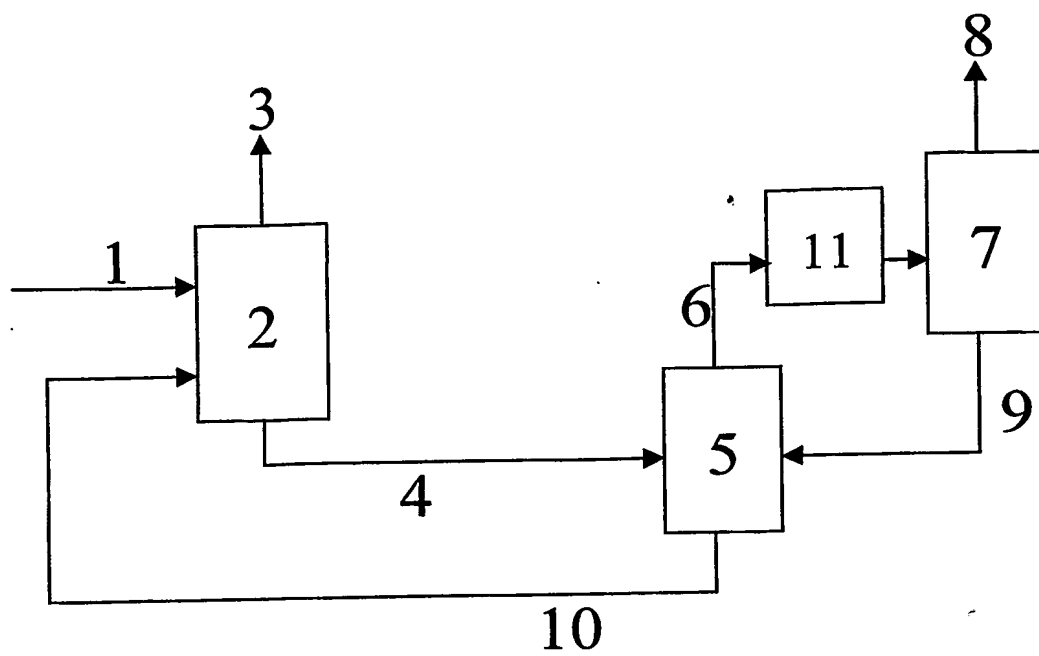


Fig. 2

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Separation von Butenen und Butanen durch extractive Destillation mit einem polaren Extraktionsmittel durch

- 5 a) Extractive Destillation eines Butene und Butane enthaltenden Stroms mit einem polaren Extraktionsmittel unter Erhalt einer Butane enthaltenden Kopffraktion und einer Butene und das polare Extraktionsmittel enthaltenden Sumpffraktion und
- b) destillative Trennung der Sumpffraktion aus a) in eine Leichtsiederfraktion, die die Butene enthält und ein Schwersiederfraktion, die das polare Extraktionsmittel enthält,

dadurch gekennzeichnet,

dass die das polare Extraktionsmittel enthaltende Schwersiederfraktion aus b) in die Extraktionsstufe a) zurückgeführt wird.

- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,

dass die destillative Trennung der Stufe b) bei einem Druck von 0.5 bis 5 bar durchgeführt wird.

- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet,

dass ein Teil der Leichtsiederfraktion der Stufe b) in die Extraktionsstufe a) zurückgeführt wird.

- 25 4. Verfahren nach Anspruch 3,
dadurch gekennzeichnet,

dass das Rücklaufverhältnis der Stufe b) zur Stufe a) 0,01 – 0,5 kg/kg beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 oder 4,

30 dadurch gekennzeichnet,

dass der in die Stufe a) zurückgeführte Teil der Leichtsiederfraktion b) auf den Betriebsdruck der Stufe a) verdichtet wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,

5 dadurch gekennzeichnet,
dass die Leichtsiederfraktion der Stufe b) ganz oder teilweise in einer zweiten Trennstufe c) in eine Buten-haltige und eine das polare Extraktionsmittel enthaltende Fraktion getrennt und die das polare Extraktionsmittel enthaltende Fraktion in die destillative Trennung der Stufe b) zurückgeführt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6,

dadurch gekennzeichnet,
dass das Rücklaufverhältnis der Stufe c) zur Stufe b) 0,001 – 0,1 kg/kg beträgt.

15 8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7,

dadurch gekennzeichnet,
dass die zweite Trennstufe c) durch eine Destillation bei einem Druck von 1 - 5 bar erfolgt.

20 9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8,

dadurch gekennzeichnet,
dass die zweite Trennstufe c) durch Abkühlen der Leichtsiederfraktion aus Stufe b) auf -10 bis +55 °C erfolgt.

25 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9,

dadurch gekennzeichnet,
dass das polare Extraktionsmittel wasserfrei oder im Gemisch mit 0,1 bis 20 Gew.-% Wasser eingesetzt wird.

30 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10,

dadurch gekennzeichnet,

dass als polares Extraktionsmittel Dimethylformamid, N-Methylpyrrolidon, Acetonitril, Furfural, N-Formylmorpholin oder Dimethylacetamid eingesetzt wird.

Zusammenfassung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von Butenen und Butanen durch Extraktion mit einem polaren Extraktionsmittel.